

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 704 479

(21) N° d'enregistrement national :

93 05143

(51) Int Cl⁵ : B 32 B 15/14 , C 22 C 1/09 , H 05 K 1/03

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 30.04.93.

(30) Priorité :

(43) Date de la mise à disposition du public de la demande : 04.11.94 Bulletin 94/44.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule.

(60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :

(71) Demandeur(s) : Société dite THOMSON-CSF — FR.

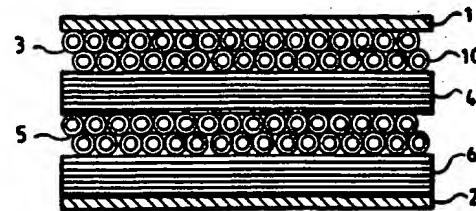
(72) Inventeur(s) : Bonniau Philippe, Heim Valérie et Silvain Jean-François.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire : Beylot Jacques Thomson-CSF.

(54) Plaques composites à fibres de carbone dans une matrice de cuivre et leurs procédés de fabrication.

(57) L'invention concerne les plaques composites à fibres de carbone dans une matrice de cuivre ayant à la fois une bonne conductibilité thermique et un faible coefficient de dilatation pour servir de support à des substrats céramiques porteurs de composants électroniques. Elle a pour objet une plaque obtenue à partir d'un pressage à chaud d'un composite souple formé d'un empilement, entre deux clinquants de cuivre 1, 2, de mats superposés 3, 4, 5, 6 de fibres longues de carbone 10 à orientations croisées revêtues électrolytiquement de cuivre.



PLAQUES COMPOSITES A FIBRES DE CARBONE DANS UNE MATRICE DE CUIVRE ET LEURS PROCEDES DE FABRICATION

5

La présente invention concerne les plaques composites à fibres de carbone dans une matrice de cuivre utilisables comme supports de substrats céramiques porteurs de composants électroniques.

Les supports de substrats céramiques, souvent utilisés pour 10 réaliser des boîtiers de microélectronique, sont en général brasés aux substrats à qui ils servent de drain ou de radiateur thermique. Leur matériau doit avoir à la fois une bonne conductibilité thermique si possible proche de celle du cuivre ($400 \text{ W/m}^\circ\text{C}$), un coefficient de dilatation proche de celui de la céramique ($6.10^{-6}/^\circ\text{C}$) et une faible densité pour limiter le poids.

15 Jusqu'à présent, les considérations de poids l'ont emporté et les boîtiers microélectroniques standards sont élaborés en aluminium ou en titane. Cependant, l'aluminium présente l'inconvénient d'avoir un trop grand coefficient de dilatation ($23.10^{-6}/^\circ\text{C}$) engendrant des contraintes et des déformations lors de cycles thermiques de sorte que son utilisation est 20 proscrite lorsque le substrat céramique dépasse deux centimètres carrés, et le titane présente une très mauvaise conductibilité thermique ($20 \text{ W/m}^\circ\text{C}$), et nécessite, lorsque les composants électroniques portés par le substrat céramique sont susceptibles de dégager de la chaleur, de prévoir un système de refroidissement particulier par exemple à circulation de liquide 25 qui complique singulièrement la conception d'un boîtier.

On connaît également des supports de substrats céramiques en colaminé cuivre/invar/cuivre, invar étant une marque déposée désignant un alliage de fer et de nickel. L'invar apporte son faible coefficient de dilatation ($0,5.10^{-6}/^\circ\text{C}$) et donne au colaminé cuivre/invar/cuivre un coefficient de 30 dilatation compatible avec celui de la céramique. La mauvaise conductibilité thermique ($10 \text{ W/m}^\circ\text{C}$) est compensée par celle des lames de cuivre. Cependant, un tel colaminé est encombrant et lourd.

Il est également connu, notamment par la demande de brevet français 2 546 878 d'utiliser pour un support de substrat céramique un 35 matériau constitué d'un composite à fibres de carbone et matrice de cuivre dont le coefficient de dilatation imposé par les fibres de carbone est

compatible avec celui de la céramique et dont la conductivité thermique est proche de celle du cuivre.

Ce composite présente cependant des inconvénients.

Son processus de fabrication est complexe ce qui le rend
5 coûteux. Il faut en effet dans un premier temps réaliser un composite carbone-carbone à partir d'un substrat de fibres de carbone et d'une matrice de carbone obtenue par dépôt de pyrocarbone et traitement thermique puis dans un deuxième temps immerger le composite carbone-carbone dans du cuivre en fusion.

10 Il présente en outre des faces difficiles à usiner et à braser du fait des affleurements de fibres de carbone. Ce dernier inconvénient peut être évité en prévoyant de plaquer des feuilles de cuivre contre les faces du composite par collage ou colaminage mais cela augmente encore la complexité de fabrication du composite. En outre, l'opération de colaminage
15 n'est possible que sur des formes de composite simples, essentiellement planes.

La présente invention a pour but un matériau pour support de substrat céramique porteur de composants électroniques, en un composite de fibres de carbone dans une matrice de cuivre, qui soit simple à fabriquer
20 donc peu coûteux et dont les faces soient faciles à usiner et à braser.

Elle a également pour but un matériau en un composite de fibres de carbone dans une matrice de cuivre qui, bien qu'il soit simple à fabriquer présente une bonne adhésion des fibres de carbone au cuivre de la matrice.

Elle a pour objet une plaque composite à fibres de carbone dans
25 une matrice de cuivre, utilisable comme support de substrat céramique porteur de composants électroniques, qui comporte un composite souple à fibres de carbone revêtues électrolytiquement de cuivre, pris en sandwich entre deux lamelles de cuivre, durci et assemblé aux lamelles de cuivre au cours d'une opération de pressage à chaud.

30 Selon des modes préférés de réalisation, l'adhésion du cuivre aux fibres de carbone est améliorée par création à l'aide d'un métal d'appoint d'une interface et/ou d'une interphase fibre/métal, ce métal d'appoint étant, soit du nickel déposé électrolytiquement sur les fibres de carbone sous la couche électrolytique de cuivre, soit de l'aluminium apporté sous forme de

feuilles intercalées entre différentes couches de fibres de carbone du composite et les deux lamelles de cuivre.

L'invention a également pour objet des procédés de fabrication de la plaque composite précitée.

5 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront de la description ci-après de deux modes de réalisation donnés à titre d'exemple. Cette description sera faite en regard du dessin dans lequel :

10 - une figure 1 représente, en coupe, avant pressage à chaud, une plaque composite selon l'invention à fibres de carbone nickelées et cuivrées ; et

- une figure 2 représente, en coupe, avant pressage à chaud, une autre plaque composite selon l'invention à fibres de carbone cuivrées et feuilles intercalaires d'aluminium.

15 On distingue sur la figure 1, une préforme souple destinée à être densifiée et rigidifiée par pressage à chaud pour constituer une plaque composite utilisable comme support de substrat céramique porteur de composants électroniques. Cette préforme souple est formée d'un empilement, entre deux clinquants de cuivre 1, 2, de quatre mats superposés 3, 4, 5, 6 de fibres longues de carbone 10 à orientations 20 croisées.

Les deux clinquants de cuivre 1, 2 ont une épaisseur de 100 à 200 microns.

25 Les fibres longues de carbone 10 ont un diamètre de dix microns et sont revêtues électrolytiquement d'une première couche de nickel de un à deux microns et d'une deuxième couche de cuivre de cinq à quinze microns.

30 Les mats 3, 4, 5, 6 ont chacun une épaisseur de l'ordre de cinq cents microns. Deux d'entre eux 3, 5 ont leurs fibres longues de carbone orientées transversalement par rapport à la coupe de la figure 1. Ils sont alternés avec les deux autres mats 4, 6 dont les fibres longues de carbone sont orientées longitudinalement par rapport à la coupe de la figure 1. Les orientations croisées des fibres de carbone dans le plan de la plaque permettent de rendre isotrope le matériau.

35 Cette préforme souple formée de l'empilement de quatre mats souples 3, 4, 5, 6 de fibres de carbone entre deux clinquants souples de cuivre 1, 2 est densifiée et rigidifiée par une opération de pressage à chaud

sous des pressions et températures voisines respectivement de 35 MPa et 750°C pendant 30 minutes en atmosphère neutre.

La couche de nickel, qui n'est pas obligatoire, améliore l'adhésion du cuivre aux fibres de carbone en créant une interface carbone/cuivre. En 5 effet, le nickel s'allie avec le carbone à la surface des fibres pour créer un composite Ni-C et se solubilise partiellement dans le cuivre. La mise en solution du nickel dans le cuivre peut être améliorée, après le pressage à chaud, par des recuits de 1 à 20 heures de 300 à 700°C sous vide ou sous atmosphère neutre d'hydrogène.

10 La figure 2 illustre un autre type de préforme souple destinée à être densifiée et rigidifiée par pressage à chaud pour constituer une plaque composite utilisable comme support de substrat céramique porteur de composants électroniques. Cette préforme souple est formée d'un empilement entre deux clinquants de cuivre 20, 21, de quatre mats superposés 22, 23, 24, 25 de fibres longues de carbone 26 à orientations croisées, séparés entre eux et des clinquants de cuivre 20, 21 par des feuilles intercalaires d'aluminium 27, 28, 29, 30, 31.
15

Les deux clinquants de cuivre 20, 21 ont une épaisseur de 100 à 200 microns et les feuilles intercalaires d'aluminium 27 à 31 une épaisseur 20 de 300 microns.

Les fibres longues de carbone 26 qui ont un diamètre de dix microns sont revêtues électrolytiquement d'une couche de cuivre de 1 à 5 microns.

25 Les mats 22, 23, 24, 25 ont chacun une épaisseur de l'ordre de cinq cents microns. Deux d'entre eux 22, 24 ont leurs fibres longues de carbone orientées transversalement par rapport à la coupe de la figure 2. Ils sont alternés avec les deux autres mats 23, 25 dont les fibres longues de carbone sont orientées longitudinalement par rapport à la coupe de la figure 2. Comme précédemment, les orientations croisées des fibres de carbone 30 dans le plan de la plaque permettent de rendre isotrope le matériau.

La préforme souple ainsi obtenue est portée tout d'abord à 660°C pendant quelques minutes pour que l'aluminium fonde et réagisse puis à 750°C sous pression de 35 MPa pendant 30 minutes en atmosphère neutre pour densifier et rigidifier le matériau.

L'aluminium des feuilles intercalaires lorsqu'il est porté en fusion diffuse dans le cuivre et le carbone et forme des composés intermétalliques tels que le composé Al_4C_3 avec le carbone et les composés Al Cu , Al Cu_3 , Al Cu_4 , Al_2Cu , Al_2Cu_3 , Al_4Cu_9 avec le cuivre.

5 Les clinquants de cuivre qui constituent les parois de la plaque composite forment un excellent répartiteur thermique d'épaisseur modulable. De plus ils permettent des usinages postérieurs ainsi qu'un très bon état de surface de faible rugosité.

Le genre de plaque composite qui vient d'être décrit est d'un
10 faible prix de revient en raison de son mode d'élaboration simple par compression à chaud d'une préforme souple. En outre il est possible de donner aux plaques composites des conformations diverses non planes en utilisant des presses avec des mâchoires de formes adaptées.

Ces plaques composites peuvent avoir diverses utilisations dont
15 la confection de boîtiers microélectroniques nécessitant une forte dissipation thermique, ou la réalisation de drains thermiques enterrés pour circuits imprimés multicouches en remplacement des colaminés cuivre/invar/cuivre beaucoup plus lourds.

On a décrit des plaques composites avec des fibres de carbone à
20 orientations croisées mais il est bien évident que l'on peut donner aux fibres de carbone une même orientation si l'on ne recherche pas une isotropie du coefficient de dilatation.

REVENTICATIONS

1. Plaque composite à fibres de carbone dans une matrice de cuivre utilisable comme support de substrat céramique porteur de 5 composants électroniques, caractérisée en ce qu'elle comporte un composite souple (3, 4, 5, 6) à fibres de carbone (10) revêtues électrolytiquement de cuivre, pris en sandwich entre deux lamelles de cuivre (1, 2), durci et assemblé aux lamelles de cuivre (1, 2) au cours d'une opération de pressage à chaud.
10
2. Plaque selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle comporte en outre un métal d'appoint réagissant avec le carbone pour créer une interface et/ou une interphase entre le carbone des fibres et le cuivre de la matrice renforçant l'adhésion entre les fibres de carbone et la matrice de 15 cuivre.
15
3. Plaque selon la revendication 2, caractérisée en ce que le métal d'appoint est du nickel déposé électrolytiquement sur les fibres de carbone sous la couche électrolytique de cuivre.
20
4. Plaque selon la revendication 2, caractérisée en ce que le métal d'appoint est de l'aluminium apporté sous forme de feuilles (27, 28, 29, 30, 31) intercalées entre différentes couches (22, 23, 24, 25) de fibres de carbone du composite et les deux lamelles de cuivre (20, 21).
25
5. Plaque selon la revendication 1, caractérisée en ce que les fibres de carbone du composite sont revêtues d'une couche électrolytique de cuivre de 5 à 15 microns d'épaisseur.
30
6. Plaque selon la revendication 1, caractérisée en ce que les lamelles de cuivre (1, 2) font de 100 à 200 microns d'épaisseur.
7. Plaque selon la revendication 1, caractérisée en ce que le composite souple est formé d'une superposition de plusieurs mats (3, 4, 5,

6) de fibres de carbone orientées à 90° les uns des autres sur une épaisseur de 2 à 3 mm.

8. Plaque selon la revendication 3, caractérisée en ce que la 5 couche électrolytique de nickel a une épaisseur de 1 à 2 microns.

9. Plaque selon la revendication 4, caractérisée en ce que les feuilles intercalaires (27, 28, 29, 30, 31) d'aluminium ont une épaisseur de l'ordre de 300 microns.

10 10. Plaque selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'opération de pressage à chaud se fait à une pression de l'ordre de 35 MPA sous une température de l'ordre de 750°C sur une période de temps de l'ordre de 30 minutes et en atmosphère neutre.

15 11. Procédé de fabrication d'une plaque composite à fibres de carbone dans une matrice de cuivre utilisable comme support de substrat céramique porteur de composants électroniques, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes :

20 - confection d'un composite souple à partir d'un assemblage (3, 4, 5, 6) de fibres de carbone revêtues électrolytiquement de cuivre,
- mise en place de deux lamelles de cuivre (1, 2) de part et d'autre du composite souple, et
- durcissement du composite souple et assemblage du composite 25 souple aux deux lamelles de cuivre au cours d'une opération de pressage à chaud.

12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que la confection du composite souple consiste en un assemblage de plusieurs 30 couches (3, 4, 5, 6) de fibres de carbone (10) revêtues électrolytiquement de cuivre orientées dans chaque couche selon une direction particulière variant d'une couche à l'autre.

13. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que 35 l'opération de pressage à chaud se fait à une pression de l'ordre de 35 MPA

sous une température de l'ordre de 750°C sur une période de temps de l'ordre de 30 minutes et en atmosphère neutre.

14. Procédé de fabrication d'une plaque composite à fibres de carbone dans une matrice de cuivre utilisable comme support de substrat céramique porteur de composants électroniques, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes :

- confection d'un composite souple à partir d'un assemblage (3, 4, 5, 6) de fibres de carbone revêtues électrolytiquement d'un dépôt de nickel
- 10 recouvert d'un dépôt de cuivre de plus grande épaisseur,
- mise en place de deux lamelles de cuivre (1, 2) de part et d'autre du composite souple,
- durcissement du composite souple et assemblage du composite souple aux deux lamelles de cuivre (1, 2) au cours d'une opération de
- 15 pressage à chaud.

15. Procédé selon la revendication 14, caractérisé en ce que l'opération de pressage à chaud se fait à une pression de l'ordre de 35 MPa sous une température de l'ordre de 750°C, sur une période de temps de l'ordre de 30 minutes et en atmosphère inerte.

16. Procédé selon la revendication 14, caractérisé en ce qu'il comporte après l'opération de pressage à chaud au moins une opération de recuit à une température de 300 à 700°C sur une durée de 1 à 20 heures.

25 17. Procédé de fabrication d'une plaque composite à fibres de carbone dans une matrice de cuivre utilisable comme support de substrat céramique porteur de composants électroniques, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes :

- 30 - confection d'un composite souple à partir d'un assemblage (22, 23, 24, 25) de fibres de carbone (26) revêtues électrolytiquement de cuivre,
- mise en place de feuilles intercalaires (27, 28, 29, 30, 31) d'aluminium entre différentes couches (22, 23, 24, 25) de fibres de carbone du composite et sur les deux faces du composite,

- mise en place de deux lamelles de cuivre (20, 21) de part et d'autre du composite souple équipé des feuilles intercalaires (27, 28, 29, 30, 31) d'aluminium, et
 - chauffage de l'ensemble à une température de l'ordre de 660°C
- 5 pendant quelques minutes pour faire fondre l'aluminium et obtenir sa répartition entre les fibres de carbone, et
- pressage à chaud pour densifier le matériau sous une température de l'ordre de 750°C et une pression de l'ordre de 35 MPa en atmosphère neutre.

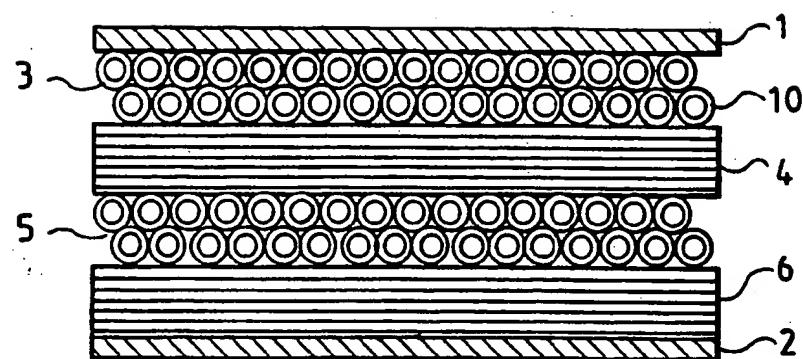


FIG.1

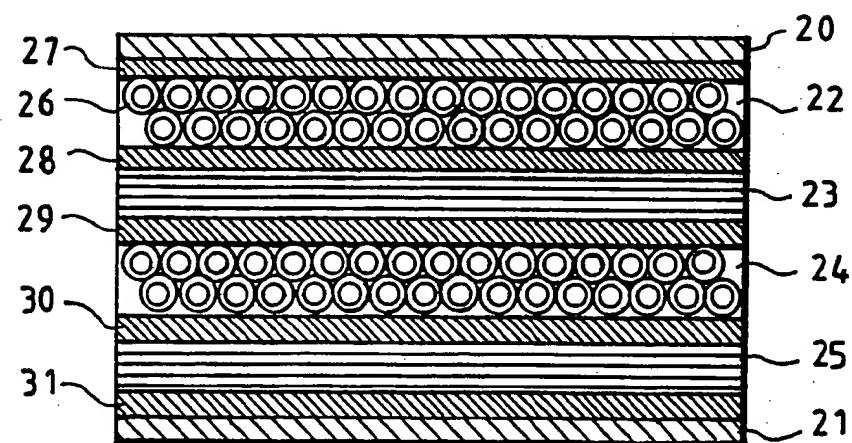


FIG.2

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 486263
FR 9305143

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CLS)
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	DE-A-32 04 231 (HITACHI KK) 12 Août 1982 * page 11, ligne 21 - page 13, ligne 11; revendications 1,2,8,9 * * page 14, ligne 22 - page 16, ligne 25 * * page 18, ligne 2 - ligne 13 * * page 22, ligne 5 - ligne 12 *	1,5-7, 10-13	
Y	---	2,3,8, 14-16	
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 005, no. 058 (C-051) 21 Avril 1981 & JP-A-56 009 344 (TORAY IND INC) 30 Janvier 1981 * abrégé *	2,3,8, 14-16	
X	US-A-4 497 875 (H.ARAKAWA ET AL) * colonne 6, ligne 18 - ligne 66; revendications 1,3,10,16 *	1,5-7, 10-13	
A	FR-A-2 075 256 (BBC) * page 1, ligne 19 - page 2, ligne 7; revendications 1-8 *	2,3,8, 14-16	C22C H01L
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 014, no. 123 (C-0698) 8 Mars 1990 & JP-A-01 319 638 (MITSUBISHI ELECTRIC CORP) 25 Décembre 1989 * abrégé *	1-17	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 004, no. 030 (C-002) 15 Mars 1980 & JP-A-55 006 475 (TORAY IND INC) 17 Janvier 1980 * abrégé *	1-17	
		-/-	
1	Date d'achèvement de la recherche 22 Novembre 1993	Examinateur SCHRUERS, H	
EPO FORM 100002 (POC1)	CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgarion non-écrite P : document intercalaire	T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
nationalFA 486263
FR 9305143

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A,D	FR-A-2 546 878 (J.SLONINA) -----	1-17
DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CLS)		

1

EPO FORM 1501 03/82 (POINT 1)

Date d'achèvement de la recherche

22 Novembre 1993

Examinateur

SCHRUERS, H

CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES

- X : particulièrement pertinent à lui seul
- Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
- A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général
- O : divulgation non-écrite
- P : document intercalaire

- T : théorie ou principe à la base de l'invention
- E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.
- D : cité dans la demande
- L : cité pour d'autres raisons
- & : membre de la même famille, document correspondant